

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-264115

(43)Date of publication of application : 19.09.2003

(51)Int.Cl.

H01F 41/02
 B22F 3/00
 B22F 3/14
 H01F 1/08
 // C22C 38/00

(21)Application number : 2002-065608

(71)Applicant : HITACHI POWDERED METALS CO
 LTD
 NISSAN MOTOR CO LTD

(22)Date of filing : 11.03.2002

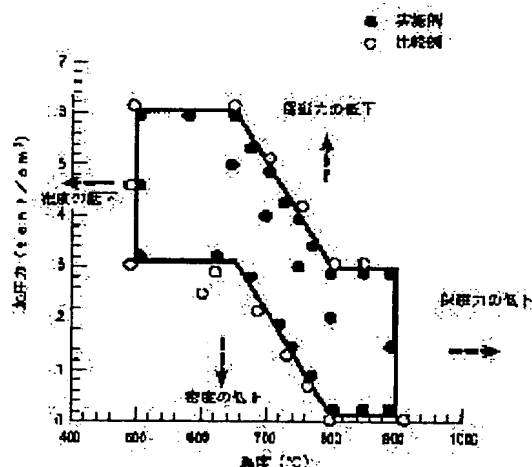
(72)Inventor : ONO HIDEAKI
 TAYU TETSURO
 SHIMADA MUNEKATSU
 KANO MAKOTO
 HORI TOSHIO
 ASAKA KAZUO
 ISHIHARA CHISE

(54) MANUFACTURING METHOD FOR BULK MAGNET CONTAINING RARE EARTH

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a manufacturing method by which both of maintenance for the crystal grain diameter of magnet powder and miniaturization for a magnet are obtained, related to a method for manufacturing a bulk magnet containing rare earth with the magnet powder containing a rare earth element as a raw material.

SOLUTION: The magnet powder containing the rare earth element is formed in a magnetic field. Then it is pressure-sintered in this manufacturing method for the bulk magnet containing rare earth. It is desired that a condition for pressure-sintering is so controlled that, provided that a sintering temperature is $x(^{\circ}\text{C})$ and a pressurizing force is y (tonf/cm²), $3.1 \leq y \leq 6.0$ when $500 \leq x < 650$, $-0.02x + 16.1 \leq y \leq -0.02x + 19$ when $650 \leq x \leq 800$, or $0.1 \leq y \leq 3.0$ when $800 < x \leq 900$.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

27.10.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開 2003-264115

(P 2003-264115A)

(43) 公開日 平成15年9月19日 (2003.9.19)

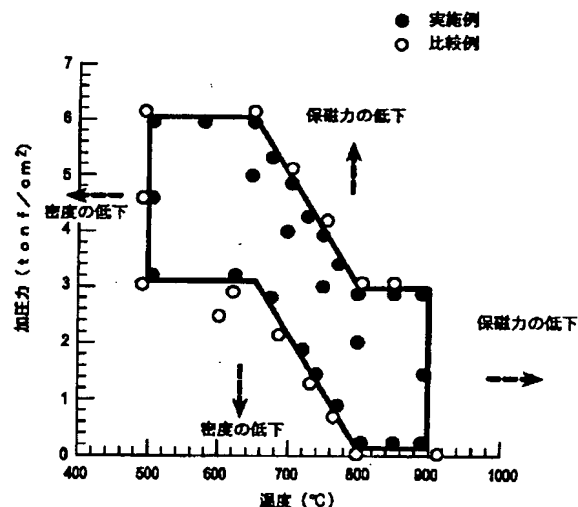
(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
H 0 1 F 41/02		H 0 1 F 41/02	G 4K018
B 2 2 F 3/00		B 2 2 F 3/00	F 5E040
	3/14		D 5E062
	1 0 1		1 0 1 B
H 0 1 F 1/08		H 0 1 F 1/08	B
審査請求 未請求 請求項の数 7	O L	(全 8 頁)	最終頁に続く
(21) 出願番号	特願2002-65608 (P2002-65608)	(71) 出願人 000233572	
(22) 出願日	平成14年3月11日 (2002. 3. 11)	日立粉末冶金株式会社 千葉県松戸市稗台520番地	
		(71) 出願人 000003997	
		日産自動車株式会社 神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地	
		(72) 発明者 小野 秀昭	
		神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地 日産 自動車株式会社内	
		(74) 代理人 100072349	
		弁理士 八田 幹雄 (外4名)	
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 希土類含有バルク磁石の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 希土類元素を含有する磁石粉末を原料とする希土類含有バルク磁石の製造方法であって、磁石粉末の結晶粒径の維持および磁石の微細化の双方を実現する製造方法を提供する。

【解決手段】 希土類元素を含有する磁石粉末を磁場中において成形し、その後加圧焼結することを特徴とする希土類含有バルク磁石の製造方法である。その際、焼結温度を x (°C)、加圧力を y (tonf/cm²) としたときに、 $500 \leq x < 650$ の範囲で $3.1 \leq y \leq 6.0$ 、 $650 \leq x \leq 800$ の範囲で $-0.02x + 16.1 \leq y \leq -0.02x + 19$ 、または $800 < x \leq 900$ の範囲で $0.1 \leq y \leq 3.0$ となるように加圧焼結の条件を制御することが好ましい。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 Nd-Fe-B系異方性HDDR磁石粉末を磁場中、常温で成形し、その後加圧焼結することを特徴とする希土類含有バルク磁石の製造方法。

【請求項2】 前記加圧焼結の方法としてホットプレス法または放電プラズマ焼結法を用いることを特徴とする請求項1に記載の希土類含有バルク磁石の製造方法。

【請求項3】 前記加圧焼結の条件は、焼結温度を x (°C)、加圧力を y (tonf/cm²)としたときに、 $500 \leq x < 650$ かつ $3.1 \leq y \leq 6.0$ であることを特徴とする請求項1または2に記載の希土類含有バルク磁石の製造方法。

【請求項4】 前記加圧焼結の条件は、焼結温度を x (°C)、加圧力を y (tonf/cm²)としたときに、 $650 \leq x \leq 800$ かつ $-0.02x + 16.1 \leq y \leq -0.02x + 19$ であることを特徴とする請求項1または2に記載の希土類含有バルク磁石の製造方法。

【請求項5】 前記加圧焼結の条件は、焼結温度を x (°C)、加圧力を y (tonf/cm²)としたときに、 $800 < x \leq 900$ かつ $0.1 \leq y \leq 3.0$ であることを特徴とする請求項1または2に記載の希土類含有バルク磁石の製造方法。

【請求項6】 前記磁石粉末の希土類元素含有量が、前記磁石粉末に含まれる元素の総量に対して11~13atôm%であることを特徴とする請求項1~5のいずれか1項に記載の希土類含有バルク磁石の製造方法。

【請求項7】 前記磁石粉末の平均粒径が、1~500μmであることを特徴とする請求項1~6のいずれか1項に記載の希土類含有バルク磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は希土類含有バルク磁石の製造方法に関し、より詳しくは、磁石構造が緻密であり、高い保磁力を有する希土類含有バルク磁石の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】これまでに種々の希土類含有磁石が開発されてきたが、その一つとして、磁石粉末と樹脂とを混合し、圧縮成形処理などを施すことにより製造される、いわゆるボンド磁石がある。このボンド磁石は、高い形状自由度を有するため多数の製品への応用が容易であるとの特徴を有する。しかしながら、成形密度には限界があり、密度は通常磁石粉末の真密度(約7.7g/cm³)の約80%程度に止まる。従って、磁石の最大エネルギー積(BH)maxは磁石粉末の65%程度にまで低下してしまう。

【0003】一方、他の磁石製品として、磁石粉末を成形して製造されるバルク磁石が挙げられる。バルク磁石は、ボンド磁石より高密度に緻密化することが可能であり、優れた磁石特性を有するバルク磁石の開発が広く行

われている。バルク磁石の製造フローの主な工程としては、①所定の組成の磁石粉末を準備する工程、②磁石を成形する工程、③成形した磁石を焼結する工程などが挙げられる。

【0004】一般に上記フローで製造されるバルク磁石の磁石特性を向上させるための手法としては、液相焼結法により真密度程度にまで緻密化する手法がある。

【0005】しかしながら、液相焼結法においては1100°C程度の高温にまで加熱する必要があるため、磁石の結晶構造を微細に維持することが困難である。これでは、緻密化を達成したとしても磁石の保磁力が劣化してしまう。磁石粉末の結晶粒径の微細化を図り、磁石の保磁力を向上させる方法としてHDDR法が知られているが、液相焼結法のような高温の緻密化工程をおこなったのでは、結晶粒径を微細化した意義が大きく減少してしまう。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】このような事情に鑑み、本発明は、希土類元素を含有する磁石粉末を原料とする希土類含有バルク磁石の製造方法であって、磁石粉末の結晶粒径の維持および磁石の微細化の双方を実現する製造方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、Nd-Fe-B系異方性HDDR磁石粉末を磁場中、常温で成形し、その後加圧焼結することを特徴とする希土類含有バルク磁石の製造方法である。

【0008】本発明の方法によって製造された希土類含有バルク磁石は、磁石粉末の結晶粒径が微細なままに維持されており、かつ、高度に緻密化されている。このため、非常に優れた磁石特性を有するバルク磁石が得られる。

【0009】

【発明の効果】以上のように構成された本発明によれば、請求項毎に次のような効果を奏する。

【0010】請求項1に記載の発明は、希土類元素を含有する磁石粉末を磁場中において成形し、その後加圧焼結することを特徴とする希土類含有バルク磁石の製造方法である。このように加圧しながら焼結することによって磁石の緻密化が図れる。しかも、磁石の結晶構造を微細に維持することも可能である。即ち、緻密かつ結晶粒径が微細な希土類含有バルク磁石を得ることができ、かようなバルク磁石は保磁力や最大エネルギー積を始めとする各種磁石特性に優れたものとなる。

【0011】前記磁石粉末としては、Nd-Fe-B系異方性HDDR磁石粉末を用いることを特徴とする。HDDR法を用いて製造された磁石粉末は、結晶粒径が非常に微細化されているという特徴を有する。また、HDDR磁石粉末は非常に硬いため、加圧するとともに加熱することが有効である。これらの点から、磁石粉末とし

てHDDR磁石粉末を用いる場合に、特に本発明は適用しているといえる。また、ネオジム(Nd)、鉄(Fe)およびホウ素(B)からなるNd₂Fe₁₄B相を主相として含むNd-Fe-B系磁石粉末を用いることによって、磁石特性の向上や原料コストの削減が図れる。さらに異方性磁石粉末を用いてバルク磁石を製造することによって、等方性磁石と比べて高い磁石特性を有する磁石を得ることができる。

【0012】請求項2に記載の発明は、加圧焼結の方法としてホットプレス法または放電プラズマ焼結法を用いることを特徴とする。これらの方法は液相焼結温度より低温での緻密化が可能である点において優れた方法である。

【0013】請求項3に記載の発明は、加圧焼結を、焼結温度をx(℃)、加圧力をy(tonf/cm²)としたときに、 $500 \leq x < 650$ かつ $3.1 \leq y \leq 6.0$ となるように制御するものである。このような条件を満足するように加圧焼結を行うことにより、優れた磁石特性(保磁力、最大エネルギー積、磁石密度など)を有するバルク磁石が得られる。

【0014】請求項4に記載の発明は、加圧焼結を、焼結温度をx(℃)、加圧力をy(tonf/cm²)としたときに、 $650 \leq x \leq 800$ かつ $-0.02x + 16.1 \leq y \leq -0.02x + 19$ となるように制御するものである。すなわち、 $650 \leq x \leq 800$ の場合には、yは $-0.02x + 16.1$ で示される線分を下限、 $-0.02x + 19$ で示される線分を上限とする間の領域となるように制御するものである。このような条件を満足するように加圧焼結を行うことにより、優れた磁石特性(保磁力、最大エネルギー積、磁石密度など)を有するバルク磁石が得られる。

【0015】請求項5に記載の発明は、加圧焼結を、焼結温度をx(℃)、加圧力をy(tonf/cm²)としたときに、 $800 < x \leq 900$ かつ $0.1 \leq y \leq 3.0$ となるように制御するものである。このような条件を満足するように加圧焼結を行うことにより、優れた磁石特性(保磁力、最大エネルギー積、磁石密度など)を有するバルク磁石が得られる。

【0016】請求項6に記載の発明は、磁石粉末に含まれる元素の総量に対して11~13atom%の希土類元素を含有する磁石粉末を用いるものである。磁石粉末中に含まれる希土類元素の含有量がこのような範囲であると、優れた磁石特性(保磁力、残留磁束密度、磁石密度など)を有する希土類含有バルク磁石が得られる。

【0017】請求項7に記載の発明は、平均粒径が1~500μmである磁石粉末を用いるものである。磁石粉末の平均粒径がこのような範囲であると、優れた磁石特性(保磁力、残留磁束密度、磁石密度など)を有する希土類含有バルク磁石が得られる。

【0018】

【発明の実施の形態】本発明は、希土類元素を含有する磁石粉末、具体的にはNd-Fe-B系異方性HDDR磁石粉末を磁場中において常温で成形し、その後加圧焼結することを特徴とする希土類含有バルク磁石の製造方法である。

【0019】液相焼結法のように、高温に加熱することにより磁石の緻密化を図ると、磁石の結晶粒径が増大する。したがって、極めて高温にまで加熱をせずとも磁石の緻密化を図るためには、加圧を用いて緻密化する手法が考えられる。しかしながら、加圧による緻密化の際には磁石粉末内部に転位・歪が誘起されやすく、磁石特性、特に保磁力の低下を生じやすい。本発明は、この問題を加圧しながら焼結(加熱)することによって解決した。即ち、加圧焼結することにより、加圧に伴い磁石粉末内部に生じる恐れのある転位・歪みを抑制し、磁石の結晶粒径を維持しつつ、磁石の緻密化を図ることを可能にした。また、得られる希土類含有バルク磁石の磁石特性をより高めるためには、加圧焼結の際の加圧力および焼結温度の選定が重要である。

【0020】以下、本発明の希土類含有バルク磁石の製造方法について、製造工程を追いつながりながら説明する。

【0021】まず、希土類元素を含有する磁石粉末を準備する。含有させる希土類元素は、特に限定されるものではなく、ネオジム(Nd)、サマリウム(Sm)、ランタン(La)、セリウム(Ce)、プラセオジム(Pr)、ガドリニウム(Gd)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホルミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)、イットルビウム(Yb)、ルテチウム(Lu)、イットリウム(Y)などが挙げられる。組成に関しても特に限定されるものではないが、磁石特性の向上や原料コストを考慮すると、希土類元素としてネオジムを用いて、ネオジム(Nd)、鉄(Fe)およびホウ素(B)からなるNd₂Fe₁₄B相を主相として含むNd-Fe-B系磁石粉末を用いることが好ましい。

【0022】磁石粉末は、粒径および粒度分布についての制限は特になく、従来公知の各種磁石粉末を用いることができる。市販されている磁石粉末やボンド磁石を製作する際に用いられている磁石粉末などを適用することも可能である。好ましい磁石粉末としては、水素吸収・脱水素処理により結晶粒径の微細化を実現するHDDR法が施されたHDDR磁石粉末が挙げられる。HDDR法の手法は特に限定されるものではなく、結晶粒径の微細化が図れるのであれば、各種改良HDDR法を用いても勿論構わない。

【0023】HDDR磁石粉末は、結晶粒径が非常に微細化されている。従来の液相焼結法を用いた場合にあつては、折角HDDR法により結晶粒径の微細化を図っても、焼結の段階において結晶粒径が増大してしまい、HDDR法の効果が失効されてしまっていた。また、HD

DR磁石粉末はビッカース硬度が $H_v = 600 \sim 700$ 程度と非常に硬くなりうるため、加圧力のみでは十分に緻密化させることが困難である。この点、本発明は加圧しながら焼結（加熱）方法を採用しているため、硬度が高いHDDR磁石粉末を用いた場合であっても、緻密化を十分に進行させることができる。

【0024】磁石粉末の組成は、特に限定されないが、得られるバルク磁石の磁石特性を高めるためには、磁石粉末に含まれる希土類元素量が、磁石粉末中の全元素に対して $11 \sim 13 \text{ atom\%}$ であることが好ましい。磁石粉末中に含まれる希土類元素の含有量がこのような範囲であると、保磁力、残留磁束密度、磁石密度などの磁石特性に優れる希土類含有バルク磁石が得られる。希土類元素含有量が 11 atom\% 未満であると、保磁力機構を担っていると考えられる磁石の主相（例えば Nd-Fe-B 系磁石粉末を用いた場合にあっては $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相）の粒界に存在する僅かなNdリッチ相が減少し、磁石特性が低下する恐れがある。一方、希土類元素含有量が 13 atom\% を超えると保磁力は確保されるものの、主相以外の非磁性相の割合が増加するため、残留磁束密度（Br）が低下するといったデメリットが生じて、磁石特性に悪影響を与える恐れがある。なお、希土類元素の含有量はICP（誘導結合型プラズマ発光分析）などを用いて測定することができる。

【0025】なお、磁石粉末は合金材料であるため微量の不純物の混入は止むを得ないが、不純物量は少量であるほど好ましい。具体的には、 1 質量\% 以下であることが好ましく、 0.3 質量\% 以下であることがより好ましく、 0.1 質量\% 以下であることが特に好ましい。

【0026】また、磁石粉末の平均粒径が $1 \sim 500 \mu\text{m}$ であることが好ましい。磁石粉末の平均粒径がこの範囲であると、磁石粉末の酸化を抑制して磁石特性劣化を低減でき、磁石の緻密化にも効果的である。磁石粉末の平均粒径が $1 \mu\text{m}$ 未満であると、酸化の影響が著しくなり、その結果、保磁力（HcJ）や残留磁束密度（Br）が減少する恐れがある。一方、磁石粉末の平均粒径が $500 \mu\text{m}$ を超えると、単一の粒子内における結晶方向のばらつきが大きくなるため配向度が低下し、その結果、残留磁束密度（Br）が低下する恐れがある。尚、磁石粉末の酸化を防止するためには防錆剤や、焼結体の電気抵抗を向上させるための絶縁物等を磁石粉末と混合することも可能である。

【0027】また、磁石粉末が異方性磁石粉末であると、得られるバルク磁石の磁石特性をよりいっそう高めることができる。異方性磁石粉末を用いる場合には、加圧焼結の前に、磁場中で仮成形して磁石特性を向上させるとよい。最大エネルギー積に関していえば、磁場中成形した異方性磁石は、磁場中成形しない等方性磁石の2倍程度もの特性を有し得る。このように優れた特性が発現するのは、磁石の磁化容易軸を揃えることによって残

留磁束密度を高めることができるからである。

【0028】次に、準備した磁石粉末を非磁性WC型などの、後述する加圧条件および焼結条件に適用可能な型に充填し、必要に応じて、磁場を付与しながら仮成形する。磁場中において仮成形することにより、最大エネルギー積などの磁石特性に優れる異方性磁石を得ることができる。磁場中において成形する際の磁場の強さは $10 \sim 25 \text{ kOe}$ 程度とすることが好ましい。

【0029】磁場を与える機構と加圧焼結装置とを一体化した装置を用いることにより、製造工程を簡略化できるメリットがでるが、磁場中での仮成形装置と加圧焼結装置が独立していても問題はない。尚、仮成形時の加圧力にも特に制限はなく $1 \sim 2 \text{ tonf/cm}^2$ （重量トン/平方センチメートル）程度であれば、その後のハンドリングにも支障が出ない。但し、 10 tonf/cm^2 程度以上の必要以上に大きな加圧力をかけると、磁石粉末の一部に割れが生じて、異方性磁石を作製する際には異方性の低下をもたらす可能性がある。等方性磁石を作製する際は当然ながら磁場を付与する必要がなく、磁場中仮成形を行える装置を準備しなくともよい。等方性磁石を作製する際の仮成形は加圧焼結装置で行ってもよく、特段の仮成形工程を設けなくてもバルク磁石を作製することが可能である。仮成形の温度は特に限定されるものではないが、製造工程の簡略化による製造効率の向上やコスト削減を考慮すると、常温で行うことが好ましい。また仮成形の際の雰囲気も特に制限はないが、磁石粉末の酸化防止の観点からは不活性ガス雰囲気（窒素、アルゴン、ヘリウムなど）または 10°Pa 以下の減圧下が好ましい。

【0030】続いて、磁石粉末を加圧焼結する。磁石粉末を加圧しながら焼結するために用いる加圧焼結法としては、特に制限はないが、ホットプレス法または放電プラズマ焼結法を適用することが好ましい。焼結工程の短時間化の観点からは放電プラズマ焼結法がより好ましい。その際の雰囲気も特に制限はないが、磁石粉末の酸化防止の観点からは不活性ガス雰囲気（窒素、アルゴン、ヘリウムなど）または 10°Pa 以下の減圧下で加圧焼結することが好ましい。但し、放電プラズマ焼結法では焼結の初期段階での粉末粒子間に発生するプラズマのクリーニング作用によって磁石粉末の酸化が抑制されるため、大気中での焼結も可能である。

【0031】このように磁石粉末を加圧焼結することにより、加圧に伴い磁石粉末内部に生じる恐れのある転位・歪みを抑制し、磁石の結晶粒径を維持しつつ、磁石の緻密化を図ることが可能である。ただし、磁石粉末に加えられる加圧力が大きすぎると磁石粉末内部に転位・歪が残留する恐れがあり、加圧力が小さすぎても緻密化が十分に進行せず磁石の密度が低下する恐れがある。一方、焼結温度が高すぎると結晶粒径が増大し磁石の保磁力が低下する恐れがあり、焼結温度が低すぎると緻密化

が十分に進行せず磁石の密度が低下する恐れがある。そこで、加圧焼結に際しては、これらの弊害を考慮した上で、最適な加圧力と焼結温度との組み合わせを選択することが好ましい。これにより、磁石粉末へのダメージを抑えた緻密なバルク磁石の作製が可能となる。

【0032】具体的には、焼結温度を x (°C)、加圧力を y (tonf/cm²)としたときに、焼結温度が $500 \leq x < 650$ の範囲である場合には、 $3.1 \leq y \leq 6.0$ となるように加圧焼結の条件を制御することが好ましい。また、焼結温度が $650 \leq x \leq 800$ の範囲である場合には、 $-0.02x + 16.1 \leq y \leq -0.02x + 19$ となるように加圧焼結の条件を制御することが好ましい。さらに、焼結温度が $800 < x \leq 900$ の範囲である場合には、 $0.1 \leq y \leq 3.0$ となるように加圧焼結の条件を制御することが好ましい。これらの条件を満たす範囲内で、焼結温度または加圧力の一方または双方を変動させてもよい。なお、ここでいう焼結温度とは、加圧焼結過程における磁石粉末周辺の雰囲気温度の最高温度を意味し、通常は加圧焼結装置内部に設けられたセンサーなどにより測定される。

【0033】加圧焼結の際の昇温速度は、特に制限はないが10K/min未満では結晶粒成長が生じやすく磁石特性が劣化する恐れがある。一方、50K/minを超えると、型内の温度分布が不均一になる恐れがある。以上より、加圧焼結の昇温速度を、10~50K/minとすることが好ましい。

【0034】加圧焼結の際の保持時間は、長すぎると結晶粒成長を促進し、磁石特性が低下する恐れがある。このため、保持時間は短時間、具体的には0~5minとすることが好ましい。なお、保持時間とは焼結温度に保持する時間をいう。例えば、25°Cから昇温速度25K/minで525°Cまで加熱し、525°Cに達した直後に降温過程に移ったとすると、焼結温度は525°Cであり、保持時間は0minである。

【0035】尚、焼結温度にまで加熱した後の降温過程における加圧力の開放は、これも特に制限はないが、磁石の密度確保及び磁石の割れ、かけ防止の観点から、500°C以下程度で加圧力を開放することが望ましい。

【0036】本発明の製造方法により製造された希土類含有バルク磁石は、従来の磁石に比べて高い磁石特性を有する。このため、このバルク磁石をモータ、磁界センサ、回転センサ、加速度センサ、トルクセンサ等に応用した場合、製品の小型軽量化を促進し、例えば自動車用部品に適用した場合には飛躍的な燃費の向上に寄与する。

【0037】本発明の製造方法により製造される希土類含有バルク磁石の厚さは特に制限されるものではなく、用途に応じて適宜調節することが好ましい。また、希土類含有バルク磁石の形状も、用途に応じて適宜調節することが好ましく、特に制限されるものではない。

【0038】また、得られるバルク磁石の特性を向上させるための各種手段を採用してもよい。例えば、酸化されやすい希土類磁石を保護するために、希土類含有バルク磁石の表面に保護膜を設けてもよい。保護膜の構成は特に限定されるものではなく、磁石特性に応じて好適な組成を選択し、十分な保護効果が得られるように厚さを決定すればよい。保護膜の具体例としては、金属膜(Ti、Ta、Ca、Mo、Ni、Zn等)、無機化合物膜(TiN、FeN、CrN、NiO、FeO等)、有機化合物膜(エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリウレタン、ポリエステル等)が挙げられる。

【0039】希土類含有バルク磁石の加工には、各種公知技術を適宜適用できる。すなわち、研削(外面研削、内面研削、平面研削、成型研削)、切断(外周切断、内周切断)、ラッピング、面取りなどの加工を実施できる。加工用具としては、ダイヤモンド、GC磁石、外内周切断機、外内周研削機、平面研削機、NC旋盤、フライス盤、マシニングセンターなどが用いることができる。

20 【0040】

【実施例】以下、具体例を用いて本発明をさらに詳細に説明する。

【0041】<1. 加圧力および焼結温度とバルク磁石の磁石特性との関係調査>磁石粉末として、粒径を425μm以下に分級した市販のNe-Fe-B系異方性HDDR磁石粉末(保磁力HcJ=11.8kOe、粉末の密度D=7.7g/cm³、平均粒径200μm、希土類含有量12.6atom%)を準備した。これを非磁性WC型に充填し、25kOeの磁場中にて加圧力2tonf/cm²の加圧力で仮成形した。

30

【0042】その後、放電プラズマ焼結装置を用いて加圧焼結することにより、希土類含有バルク磁石を作製した。加圧焼結の条件(加圧力、焼結温度)は表1に示す通りである。なお、加圧焼結の保持時間は0minとし、昇温速度は20~25K/minとした。加圧力の開放は、降温時の500°Cにおいて行った。得られた希土類含有バルク磁石の保磁力(HcJ)および密度を表1に示す。

【0043】また、表1の結果を元に、横軸に焼結温度、縦軸に加圧力をとってプロットした(図1)。図1において、黒丸は保磁力HcJが11.5kOe以上、かつ、磁石密度が7.65g/cm³以上を満足する希土類含有バルク磁石を示す。一方、白丸は保磁力および磁石密度に関して、上記条件の少なくともいずれか一方を満たさない希土類含有バルク磁石を示す。図1に示されるように、加圧力および焼結温度の条件を制御することによって、真密度近くまで緻密化され、かつ、保磁力の劣化が生じない希土類含有バルク磁石が得られることが示された。因みに、図1において太線で示した多角形に囲まれる範囲は、焼結温度を x (°C)、加圧力を y

50

(tonf/cm²) とすれば、 $500 \leq x < 650$ の範囲において $3.1 \leq y \leq 6.0$ 、 $650 \leq x \leq 800$ の範囲において $-0.02x + 16.1 \leq y \leq -0.02x + 19$ 、 $800 < x \leq 900$ の範囲において $0.1 \leq y \leq 3.0$ である。
【0044】
【表1】

No.	加圧力 (tonf/cm ²)	焼結温度 (°C)	磁石保磁力 HcJ(kOe)	密度 (g/cm ³)
1	5.0	650	11.9	7.68
2	4.0	700	11.8	7.67
3	3.0	750	12.1	7.67
4	2.0	800	12.0	7.65
5	0.2	890	11.8	7.70
6	1.5	890	12.0	7.70
7	2.9	890	11.9	7.71
8	2.9	850	11.8	7.69
9	2.9	800	11.6	7.69
10	3.4	775	11.5	7.70
11	3.9	750	11.7	7.69
12	4.4	725	11.9	7.70
13	4.9	700	12.0	7.71
14	5.4	675	12.1	7.70
15	5.9	650	12.0	7.71
16	5.9	575	12.0	7.69
17	5.9	510	11.7	7.69
18	4.5	510	11.6	7.68
19	3.2	510	11.8	7.67
20	3.2	625	11.9	7.67
21	2.7	675	12.0	7.68
22	1.8	720	12.0	7.69
23	1.4	740	11.5	7.67
24	0.8	770	11.7	7.70
25	0.2	800	11.8	7.69
26	0.2	850	11.9	7.68
27	4.5	490	11.8	6.41
28	10.0	650	3.5	7.70
29	2.5	600	12.0	7.03
30	1.5	910	9.4	7.69
31	0.05	910	11.9	7.31
32	3.1	850	9.2	7.70
33	3.1	810	9.1	7.70
34	4.2	750	8.8	7.69
35	5.1	700	8.5	7.70
36	6.1	650	6.2	7.71
37	6.2	495	6.0	7.68
38	3.0	490	10.8	6.20
39	2.9	620	11.9	7.20
40	2.2	690	11.5	7.15
41	1.3	730	11.0	7.01
42	0.07	800	11.9	7.12

【0045】<2. 磁石粉末中の希土類元素含有量とバルク磁石の磁石特性との関係調査>磁石粉末として、粒径を $425 \mu\text{m}$ 以下に分級した、ネオジウムを所定量含む市販の Ne-Fe-B 系異方性 HDDR 磁石粉末 (粉末の密度 $D = 7.7 \text{ g/cm}^3$ 、平均粒径 $200 \mu\text{m}$) を準備した。これを非磁性 WC 型に充填し、 25 kOe の磁場中にて加圧力 2 tonf/cm^2 の加圧力で仮成形した。

【0046】その後、放電プラズマ焼結装置を用いて加 40 圧焼結することにより、希土類含有バルク磁石を作製し※

※た。加圧力は 4 tonf/cm^2 とし、焼結温度は 700°C とした。加圧焼結の保持時間は 0 min とし、昇温速度は $20 \sim 25 \text{ K/min}$ とした。加圧力の開放は、降温時の 500°C において行った。磁石粉末におけるネオジウム含有量と得られる希土類含有バルク磁石の磁石保磁力 (H_{cJ})、残留磁束密度 (B_r) および密度との関係を表 2 に示す。

【0047】

【表2】

No.	加圧力 (tonf/cm ²)	焼結温度 (°C)	Nd含有量 (atom%)	磁石保磁力 HcJ (kOe)	残留磁束 密度 Br(kG)	密度 (g/cm ³)
1	4	700	10.8	6.7	4.1	7.70
2	4	700	11.0	11.7	11.2	7.69
3	4	700	11.2	11.8	11.2	7.69
4	4	700	12.0	12.0	11.1	7.67
5	4	700	12.2	11.8	11.1	7.67
6	4	700	13.0	11.8	11.0	7.67
7	4	700	13.3	12.0	10.1	7.66

【0048】表2に示されるように、希土類元素含有量が $11 \sim 13 \text{ atom\%}$ であると、得られる希土類含有

バルク磁石の磁石特性が高まることが示された。

【0049】<3. 磁石粉末の平均粒径とバルク磁石の

磁石特性との関係調査>磁石粉末として、粒径を所定の範囲に分級した市販のNe-Fe-B系異方性HDDR磁石粉末（保磁力 $H_c J = 11.8 \text{ kOe}$ 、粉末の密度 $D = 7.7 \text{ g/cm}^3$ 、希土類含有量 12.6 atom\% ）を準備した。これを非磁性WC型に充填し、 25 kOe の磁場中にて加圧力 2 tonf/cm^2 の加圧力で仮成形した。

【0050】その後、放電プラズマ焼結装置を用いて加圧焼結することにより、希土類含有バルク磁石を作製し*

*た。加圧力は 4 tonf/cm^2 とし、焼結温度は 700°C とした。加圧焼結の保持時間は 0 min とし、昇温速度は $20 \sim 25 \text{ K/min}$ とした。加圧力の開放は、降温時の 500°C において行った。磁石粉末の平均粒径と得られる希土類含有バルク磁石の磁石保磁力（ $H_c J$ ）、残留磁束密度（ B_r ）および密度との関係を表3に示す。

【0051】

【表3】

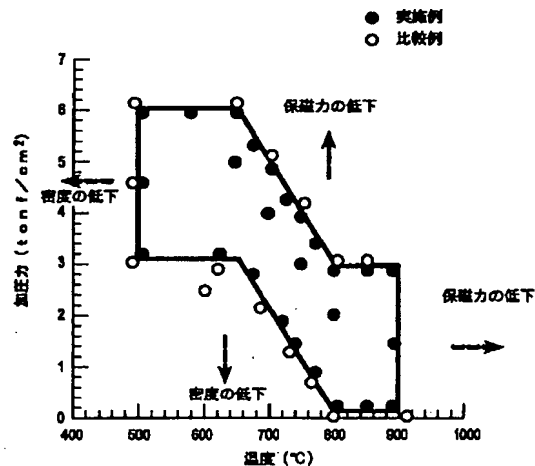
No.	加圧力 (tonf/cm ²)	焼結温度 (°C)	平均粒径 (μm)	磁石保磁力 $H_c J$ (kOe)	残留磁束 密度 (kG)	密度 (g/cm ³)
1	3	800	0.8	9.8	9.2	7.51
2	3	800	1.0	11.6	11.1	7.63
3	3	800	1.0	11.8	11.2	7.64
4	3	800	10.0	11.8	11.3	7.64
5	3	800	20.0	12.0	11.2	7.65
6	3	800	42.5	12.0	11.2	7.65
7	3	800	50.0	12.1	11.1	7.65
8	3	800	55.0	12.1	10.5	7.67
9	3	800	60.0	12.2	9.7	7.70

【0052】表3に示されるように、磁石粉末の平均粒径が $1 \sim 500 \mu\text{m}$ であると、得られる希土類含有バルク磁石の磁石特性が高まること示された。

【図面の簡単な説明】

【図1】 表1の結果を元に、横軸に焼結温度、縦軸に20 加圧力をとってプロットしたグラフである。

【図1】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

テマコード(参考)

// C 2 2 C 38/00

3 0 3

C 2 2 C 38/00

3 0 3 D

(72)発明者 田湯 哲朗

神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地 日産自動車株式会社内

(72)発明者 島田 宗勝

神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地 日産自動車株式会社内

(72) 発明者 加納 真
神奈川県横浜市神奈川区宝町 2 番地 日産
自動車株式会社内

(72) 発明者 堀 年雄
神奈川県横浜市神奈川区宝町 2 番地 日産
自動車株式会社内

(72) 発明者 浅香 一夫
千葉県松戸市稔台 520 番地

(72) 発明者 石原 千生
千葉県松戸市稔台 520 番地

F ターム (参考) 4K018 AA27 BA18 BB04 EA02 EA22
KA45 KA63
5E040 AA04 BD01 CA01 HB07 NN01
NN12 NN18
5E062 CC05 CD04 CE01 CF02 CG02
CG03